## (54) PHENOXYPROPIONIC ACID GLADYL ESTER DERIVATIVE, ITS PREPARATION AND HERBICIDE

(11) 57-203066 (A)

(43) 13.12.1982 (19) JP

(21) Appl. No. 56-86987

(22) 8.6.1981

(71) NISSAN KAGAKU KOGYO K.K. (72) ITSUTSUNE SAKATA(4)

(51) Int. Cl3. C07D215/22,A01N43/42,A01N43/60

NEW MATERIAL: A phenoxypropionic acid glycidyl ester derivative shown by the formula I (A is CH, or N; X is H, halogen, or trifluoromethyl).

**EXAMPLE:** α- [4-(6-Chloroquinoxalyl-2-oxy)phenoxy] propionic acid glycidyl ester. USE: A herbicide. Having improved herbicidal actions especially on gramineous plants, exhibiting no phytotoxicity on broadleaf plants such as cotton, soybean, beet, colza, Japanese radish, kohlrabi, eggplant, etc. Usable by soil treatment or foliar treatment.

PROCESS: A phenoxyphenol derivative shown by the formula II or its salt is reacted with an  $\alpha$ -halogenopropionic acid glycidyl ester shown by the formula III (Y is halogen) in an inert solvent such as methyl ethyl ketone, etc. in the presence of an acid acceptor such as potassium carbonate, etc., to give a compound shown by the formula I.

#### (54) NOVEL QUINOLINECARBOXYLIC ACID DERIVATIVES, THEIR PREPARATIONS, AND ANTIBACTERIAL AGENT COMPRISING THEM AS ACTIVE INGREDIENT

(11) 57-203067 (A)

(43) 13.12.1982 (19) JP

(21) Appl. No. 56-88061

(22) 10.6.1981

(71) KANEBO K.K. (72) FUMIO SAKAMOTO(2)

(51) Int. Cl3. C07D215/56,A61K31/495

NEW MATERIAL: A 1-ethyl-6-fluoro-1, 4-dihydro-4-oxo-7- [4-(5-methyl-2-oxo-1, 3-dioxolene-4-yl)methyl-1-piperazinyl] quinoline-3-carboxylic acid shown by the formula I or its salt.

USE: A synthetic antibacterial agent. Having strong antibacterial activity not only against Gram-negative bacteria but also against Gram-positive bacteria, improved oral absorption or bioavailability, useful for remedying various kinds of infections diseases.

PROCESS: A compound shown by the formula II is reacted with a compound shown by the formula III (X is halogen), and, if necessary, converted into a salt, to give a compound shown by the formula I. The compound shown by the formula III is a novel compound, and synthesized by halogenating 4,5-dimethyl-2oxo-1,3-dioxolene shown by the formula IV.

$$H_{\bullet}C - C = C - CH_{\bullet} - N \qquad \qquad \begin{matrix} O \\ V \\ C_{\bullet}H_{\bullet} \end{matrix}$$

#### (54) NOVEL 1-PHENYLISOQUINOLINE DERIVATIVE

(11) 57-203068 (A)

(43) 13.12.1982 (19) JP

(21) Appl. No. 56-86832 (22) 8.6.1981

(71) TEIKOKU ZOKI SEIYAKU K.K. (72) YASUSHI SUZUKI(8)

(51) Int. Cl3. C07D217/00,A61K31/47,C07D217/14,C07D217/16, C07D413/06//(C07D413/06,C07D217/00,C07D263/00)

NEW MATERIAL: A 1-phenylisoquinoline derivative shown by the formula I (R is H. halogen, or lower alkyl; Y is CH2-OR1, group shown by the formula II, -CH = NNHCONH<sub>2</sub>, or group shown by the formula III;  $R_1$  is H, lower alkanoyl, organic phosphoric ester residue, with the proviso that the group -CH2-Y is linked to the 3-, 4- or 5-position of isoquinoline ring) or its salt.

**EXAMPLE:** 1-(4-Chlorophenyl)-5-(2-hydroxyethyl)isoquinoline.

USE: Having analgesic and antiphlogistic action, useful as a drug. Having low disorder inducing action on apparatus digestorius.

PROCESS: For example, a compound shown by the formula IV is reacted with a complex metal hydride such as lithium aluminum hydride, etc. in an inert solvent such as ethyl ether, etc. at room temperature ~ the reflux temperature of the reaction mixture, preferably at 25~60°C, to give a compound shown by the formula I where Y is CH2-OR1.

$$CH_{0}-Y$$

## (9 日本国特許庁 (JP)

## ①特許出願公開

## ⑫公開特許公報(A)

## 昭57-203066

<ul> <li>⑤Int. Cl.³</li> <li>C 07 D 215/22</li> <li>A 01 N 43/42</li> </ul>	<b>識</b> 別記号 101	庁内整理番号 66754 C 70554 H	<ul><li>砂公開 昭和57年(1982)12月13日 発明の数 3</li><li>審査請求 未請求</li></ul>
43/60	1 0 1	7055—4H	(全 6 頁)

## ❸フェノキシプロピオン酸グリシジルエステル 誘導体およびその製法並びに除草剤

@特

額 昭56-86987

❷出

顧 昭56(1981)6月8日

仍発 明 者 坂田五常

船橋市坪井町722番地1日産化 学工業株式会社中央研究所内

個発 明 者 沼田達雄

船橋市坪井町722番地 1 日産化 学工業株式会社中央研究所内

仍発 明 者 草野和也

船橋市坪井町722番地1日産化

学工業株式会社中央研究所内

@発 明 者 猪飼隆

埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡 1470日産化学工業株式会社生物 化学研究所内

砂発 明 者 小口寿彦

埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡 1470日産化学工業株式会社生物 化学研究所内

10字研究所內

⑪出 願 人 日産化学工業株式会社

東京都千代田区神田錦町3丁目 7番地1

g <u>s</u>

1.発明の名称

フェノキシブロビオン駅グリンジルエステル 勝事体かとびその製鉄並びに除る用

(1)一数式(1):

(女中、Aは OH または窒息原子を表わし、 まは水泉原子、ハロゲン原子。またはトリフルオロメテル当を表わす。) で扱わされるフェノキシブロビオン酸ダリンジルエステル酵準体。

(3)一般式(1):

( 式中。 A は OB または豊素原子を表わし、 スは水素原子。ヘロダン原子。またはトリ フルオロメテル基を表わす。)で表わされる フェノキシフェノール舞等体または,その塩 と

一般实得:

(式中、Aかよびスは、前配と何じ意味を表 わす。)で表わられるフェノキシブロビオン 酸グリンジルエステル最高体の製法。

(3)一数式(1):

(武中, Aは OB または資素原子を扱わし、 まは水素原子, ハロゲン原子, またはトリフルオロメテル描を扱わす。)で扱わされるフェノキシブロビオン酸ダリンジルエステル師 等体の1様または2種以上を有効成分として含有することを特徴とする選択依頼率額。

#### 4.発表の評価を製売

本発明は一般式(I):

(式中, A は OB せたは登泉原子を表わし、X は水泉原子、ハロゲン原子、せたはトリフルオロメテル基を表わす。)

で表わされるフェノキシブ=ピオン酸ダリシジルエステル静導体。その最終かよび飲酵等体を 有効成分とする選択性飲草剤に関するものである。

上記一数式(I)で表わされるフェノキシブロビオン数グリシジルエステル維導体(以下単に本品

特別昭57-203066(2)

明化合物という。)は、文献未収の新規化合物 であり、論草剤の有効減分として有用な化合物 である。

使来、ある種のα・【4・(1・ピリジリルオキン)フェノキン】脂肪酸グリンジルエステル酶等体が散草活性を有することが知られている(特殊Ν54・390素換薬がアリール薬とビリジル薬に限定されているものである。

って容易に製造できる。

皮皮式

(上紀反応式中、Aは CB または無常原子を扱わし、又は水常原子・ハロダン原子、またはトリフルオロメテル薬を扱わし、てはハロダン原子を表わす。)

上記の反応は、最受容体の存在下、不信性静能中にかいて通常 1 ~ 1 2 時間加熱患能して行な われる。不信性潜能としてメテルエテルケトン、 アセトニトリル、ジメテルホルムアミド等の一 紋の不活性器能が用いられ、最受容体としては 紋像カリウム等が用いられる。反応式中、エで 表わされるハロダン原子としては、通常塩果又 は臭果が使用される。

反応散を冷水に住いて連絡な有機機能で抽出し 有機溶解層を水洗、乾燥機器能を質去すれば、 ほぶ純粋な本発明化合物が得られる。

との様にして合成した本発明化合物の具体例について、その物性とともに第1級及び第8数に記載する。但し、本発明化合物は、とれらのみに設定されるものではない。

第 1 養

次式 [a:

て表わされる化合物の合成

化合物点	x	<b>A</b>	性状・物性
1 1	6-02	и	白色粉晶 mp 85~ 84℃
. 2	7 - Br	×	" ■ 102~104℃
<b>a</b> .	4- <b>7</b>	<b>*</b>	mp 82∼ 85℃
. 4	6-CF.	×	" ≡p 72~ 75℃
5	B		* =0 87~ 10C
6	H	CH	" mp 54~ \$9℃

#### 集 # 接

次式 lb:	
Σ, ÇE,	
O CH COOH, CH OH,	
	(Ib)

で表わられる化合物の合成

11.004	x	Δ	佐 款 物 佐
7	4-02	¥	美黄色被体, 20~20℃, 10 15892
• .	7 - 10ar	×	", mp ~ 15℃, um 1.5932

ロマトグラフィーで複製すると本発明化合物系 1の白色額条( L f f )が得られる。

mp 8 3 ~ 8 4 T.

HMR(CDG2, 8-値); 165(d, 8H), 25~28(m. 2H), 30~85(m, 1H), 39~46(m, 2H), 481(q, 1H), 205(q, 4H), 261(bs, 2H), 400(bs, 1H), 862(s, 1H)

## **合庆贸2**

α - [ 4 - (キノリル・2 -オヤシ)フェノキシ] プロピオン酸グリンジルエステルの合成

(本発現化会物系4)

4 - ( 中ノリル・2 - オキシ') フェノール ( L 7 p )。 α - ブロムブロピオン酸ダリンジル エステル ( L 7 p )。及び無水炭酸カリウム ( L 8 p )を加えたアセトニトリル糖放 1 0 0 ml モ 2 時間加熱速度なせる。

合成例1 と同様の鉄処理方法。 精製方法によっ

特別昭57-203066(3)

第1 表表び第 8 表中の本発明化合物系は、以下 の合成例、配合例かよび試験例について参照される。

次に、本発明化合物について、具体的な合成例 を挙げて説明する。

#### 合成例1

α-[4-(4-9ロルヤノヤザリル-2-オヤシ)フェノヤシ ] プロピオン酸グリシジルエステルの合止

(本発明化合物系1)

4~(6~タロルキノキザリル・2~オキシ)フェノール(159)。 α・プロムプロビオン 酸グリシジルエステル(179)。 及び無水袋 酸カリウム(209)を加えたアセトニトリル 落被 100 減を 5 時間 加熱産焼させる。 反応終了後、不停物を印刷し、 沪散を被圧下級 難し、得られる値状態産をシリカゲルカラムク

て本発明化合物本 6 の白色結晶( Q ? 9 ) が得 られる。 mp 5 6 ~ 5 ? で。 BMR(ODG4, 3~値); 175(d, 5H), 25~27(a, 1H), 280(t, 1H), 31~58(n, 1H) 5.2~46

1H), 280(t, 1H), &1~&8(m, 1H)&?~46 (m, 2H), 480(q, 1H), X04(q, 4H), X1~ &1(m, 4H)

特別的57-203068(4)

除草裔,各種收食器,聚業剂,植类剂,失力剂 カメと集合無用しても良い。

上記の佐徽の歌草州としては、何えば、 3 - ( 4 - メテルフェネエテルオキシフェニル ) - 1 ーメチル・1・メトキシウレア及びファーム・ テミカルズ・ハンドアック ( Form Chemicals Handbook )。毎67款(1981)。 化配数されてい る化合物などがある。

次に、本発男化会物を有効成分とする除草剤の 配合例を示す。なか,以下の配合例にかいて「 部」は重量部を意味する。

## 配合货工 水彩剂

5 0 75 本苑男化合物本 1 4 4 部 ジークライトム(商品名) 2 4 ソルボール 8 0 59 ( 昇面新性剤, 東邦化学製 ) カーブレッタス(医療防止剤、塩野競技事長) 2 5 以上を均一枚拠合物砕して水準剤とする。使用 化額しては上記水準規を水で50~1,000倍 化着駅して。有効成分量が18アール当り5~ Laaaょになるように飲寒する。

ととができ、その施用楽量は遠尾梅雨、施用時 期,施用方法。対象草葉、栽培作物等により兼 異はある水。一般には有効成分量として10万 ール曲りち~10001和皮が連携である。 次に、本発男化合物の歌草剤としての有用性を 以下の試験例において具体的に異男する。

| 放映作工 | 土壌処理による除草効果状験 裁13㎝,換11㎝,操さ4回のブラステック 製箱に収割した供養土製を入れ、イネノビエ、 メヒシバ、コアカザ、スペリヒニ、ヘキダメギ ク、イヌガランを製造し、約15回覆土した袋 有効成分量が所定の割合となるように土壌表面 へ均一に散布した。

我者の職の英族は、前記配合例の水和剤または 乳剤を水で着釈して小皿スプレーで金繭に飲布 した。裏放飲布を遊園後に各種雑草に対する除 革効果を下記の利定基準に使い調査した。 結果は無る表化示す。

#### 報会基準

5 … 泉草準 9 0 5 以上(ほとんど完全特別)。

配合與 8 乳 剂

本塾明化合物系2

2 0 68

9 2 V Y

ソルポール2680(昇面括性無 東邦化学製) 5 部 以上を均一に混合して乳剤とする。使用に築し ては上記乳剤を水で58~1888倍に希釈し て、有効成分量として10アール乗りを~ しゅりゅりを飲布する。

本発明化合物は、土麹飲存せたは黒葉飲存のい ずれの処理化かいても各種競革。 特化永本科値 車に対しては無めてすぐれた収革効力を示すー 方広葉の政培作物。例えば梅。大草。小草。菜 豆、ヒート、ナタネ、ダイコン、オンラン、ナ ス、特に対する業容は認められない。

従って本発明化合物は金属宴分野、特に爆炸用 除草剤として広葉作物の栽培時における永本科 雑草の選択的防験には好達である。

なか、本発男化合物は細塩、水田、果郷間など の最重弦分野以外に遮飾物、空地、蘇斯地など 非典領地にかける各種推革の防ਆにも進用する

4 … 股 草 準 7 0 ~ 9 0 5

3 -- 数草準4 日~7 日 5

2 … 股车率 2 0 ~ 4 8 5

1 … 数草準 5~2 8 5

5 5 以下(ほとんど効力をし) 低し、上記の数草等は、祭剤処理区の地上等生 草重かよび無処理区の地上毎生草重を測定して 下記の丈により求めたものである。

(1 - <u>低端区の地上部生享重</u>) ×100 無低線区の地上部生享重

#### 14開昭57-203068(5)

#### 第 5 表

		1	1	1		7		-
1				,	3	٦ آ	<b>^</b>	٦ ٦
化金钟	有效政分の		٧	E	7			Â
4	施理量(形态)	-	•	2	*	¥	1	#
			×	м	7		****	2
	<b>5</b> 0	5	5	5	0	0	0	0
Ì	2 5	5	5	5	9	0	0	0
	5 0	5	5	5	0	8	0	0
2	2 5	5	5		0	•	0	0
_	5 0	5	5	5	0	•	0	0
	2.5	5	5	5	0	C	0	0
	50	6	5	5	0	G	8	0
•	2 5	5	5	5	0	8	0	0
	5 0	5	5	5	0	•	G	0
•	2 5	5	5	. 5	0	•	9	0
4	5 0	5	\$	5	0	0	0	•
•	2.5	•	5		0	0	Q	0
Γ.	50	5	5	5	0	0	0	0
7	2 5	8	8	5	0	0	0	0
	5.0	5	5	\$	0		•	0
•	2.5	5	5	8	0		•	0

## <u>試験例2</u> 返棄処理による飲草効果試験

展15mm、検22mm、銀さ6mmのブラステック 製雑に設置した供養土機を入れ、イネ、ノビエ、 メヒシバ、コアカザ、スペリヒュ、ハキダメギ ク、イヌガラシの種子をそれぞれスポット状に 提復し、約15mm優土した。各種雑草が2~5 機切に進したとき、有効成分量が所定の割合と なるように重複な一に数布した。 数布の際の薬波は前配配合例の水和剤または乳 剤を水で物釈し、小量スプレーで各種雑草の重 類部の全面に数布した。 楽波数布2通筒板、各種額草に対する歓草効果

を試験例1の何定基準に使い調査した。

给果比第4表化示す。

#### \* 4 5

			*	1	7	7	2	1
化会物	有効成分の	_	E	×	7	~	***	*
Æ	処理量(56)	_	۶	_	*	j E	7.4	ガラ
	1		æ	*	*	<u>.</u>	j	3
1	<b>5</b> 0	5	5	5	•	•	0	0
	2.5	•	5	5	0	•	9	0
2	5 0	5	5	5	8	•	٥	•
	2 5	5	5	5	0	٥	0	•
	5.0	\$	5	5	•	•	•	0
	2 5	5	5	5	a	0	0	0
4	5 0	5	5	5	0	0	0	0
	2.5	5	5	5	0	•	0	0
•	<b>5</b> 0	5	5	5	B	•	0	0
	2.5	5	5	5	0	0	0	0
4	5.0	5	8	5	0	0	0	0
	2.5	\$	5	5	0		8	0
,	5.0	6	5	5	0	0	0	0
	2.5	5	5	8	0	G	0	0
•	50	5	5	5	0	a		0
_	2.5		5					0

## 

後15mm、模えまmm、報さ4mmのブラステック 製箱に収售した狭装土機を入れ、格、大豆、ビート、ナタネ、ダイコン、カンラン、ナスの様子をそれぞれスポット状に搭載し、約15mm最上した。各種作物が初生業装開湖に減したとき、有効成分量が所定の組合となるように重要部に地一に飲事した。

数率の限の系数は貧配配合例の水和用すたは乳 用を水で発収し、小型スプレー で各種作物の意 業器の会面に数率した。

楽剤数率 2 組織状,各種作物に対する業容を下 配型定義準に使い調査した。

始果は第5次に示す。

#### 利亞基準

5 一作物はほとんど完全結死

4 … ・ に対する集音が顕著

5 ⋅・・・・ 楽客が回められる

1… ・ 楽書が若干値められる

1 … ・ 単答はほとんど何められない

g... / 英書は輝められず

## 特別昭57-203066(6)

化合物	有効底分の 処理量(5/a)	*	大	Wen y	カンラン	ナメ	ا ا
4	5.0	0	0	•	•	Q	0
1	2 5	0	0		G	0	0
	. 50	0	0	0		0	
2	2.6	•	0	0	0	0	
1	5.0	0	0	0	0	0	0
•	2 5	0	0	0	0	0	0
	5.0	0	O	. 0	0	0	0
•	2 5	0	0	D	.0	0	0
•	8.0	D	O	0	O	0	0
•	2.5	0	0	0	•	0	0
,	50	0	0	0	0	0	0
6	2 5	0	0	0	0	0	. 0
7	5 Q	0	0	0	0	0	9
•	2 5	0	0	0	0	0	0
_	5.0	8	0	0	0	•	
8	2 6		0	0	•	0	0

-504-

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.